

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-012433

(43)Date of publication of application : 15.01.2002

(51)Int.Cl.

C03B 19/14

C03B 20/00

C03B 23/04

// C03B 37/012

(21)Application number : 2000-191293

(71)Applicant : SUMITOMO METAL IND LTD

(22)Date of filing : 26.06.2000

(72)Inventor : MITANI MAKOTO

(54) QUARTS GLASS CYLINDER, QUARTS GLASS TUBE AND METHOD OF PRODUCING THE SAME

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a quartz glass cylinder and a quartz glass tube having an outer diameter/inner diameter ratio exceeding 6, with excellent precision of the dimension, and the surface of the inner diameter being smooth without eccentricity, and to provide a method of producing them.

SOLUTION: The quartz glass cylinder has an outer diameter/inner diameter ratio exceeding 6, a roughness Ra of the inner diameter surface of 0.5 μm or less, a fluctuation of wall thickness of 0.5% or less, and a fluctuation of inner diameter of 1% or less, and the quartz glass tube has an outer diameter/inner diameter ratio exceeding 6, a roughness Ra of the inner diameter surface of 0.5 μm or less, a fluctuation of thickness of 1% or less, and a fluctuation of the inner diameter of 3% or less. The method of producing a quartz glass cylinder comprises opening the quartz glass body through pressurized hot plug insertion process where the pressure of the opening part is reduced during the opening step, and the method of producing a quartz glass tube comprises stretching the quartz glass cylinder as a raw material into the quartz glass tube of the desired diameter.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

10.07.2002

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

Best Available Copy

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号
特開2002-12433
(P2002-12433A)

(43) 公開日 平成14年1月15日 (2002.1.15)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	ターミナル (参考)
C 0 3 B 19/14		C 0 3 B 19/14	Z 4 G 0 1 4
20/00		20/00	Z 4 G 0 1 5
23/04		23/04	4 G 0 2 1
// C 0 3 B 37/012		37/012	A

審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願2000-191293 (P2000-191293)

(22) 出願日 平成12年6月26日 (2000.6.26)

(71) 出願人 000002118

住友金属工業株式会社

大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号

(72) 発明者 三谷 真

和歌山県和歌山市湊1850番地住金石英株式会社内

(74) 代理人 100083585

弁理士 穂上 照忠 (外1名)

Fターム (参考) 4G014 AH23

4G015 BA00 BA01 BB03

4G021 BA01 BA02

(54) 【発明の名称】 石英ガラスシリンダおよび石英ガラス管とその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 外径／内径の比が6を超え、かつ内径面が平滑で偏心がなく、寸法精度のすぐれた石英ガラスシリンダおよび石英ガラス管とその製造方法の提供。

【解決手段】 外径／内径の比が6を超え、内径面の粗さがRa0.5μm以下、肉厚変動率が0.5%以下、内径変動率が1%以下である石英ガラスシリンダ、および外径／内径の比が6を超え、内径面の粗さがRa0.5μm以下、肉厚変動率が1%以下、内径変動率が3%以下である石英ガラス管。熱間プラグ圧入法により石英ガラス体を開口する方法において、開口部を減圧しつつ開口する石英ガラスシリンダの製造方法、およびこの石英ガラスシリンダを素材とし、延伸法にて所要径とする石英ガラス管の製造方法。

【特許請求の範囲】

【請求項1】外径／内径の比が6を超え、内径面の粗さが $Ra0.5\mu m$ 以下、肉厚変動率が0.5%以下、内径変動率が1%以下であることを特徴とする石英ガラスシリンダ。

【請求項2】外径／内径の比が6を超え、内径面の粗さが $Ra0.5\mu m$ 以下、肉厚変動率が1%以下、内径変動率が3%以下であることを特徴とする石英ガラス管。

【請求項3】熱間プラグ圧入法により石英ガラス体を開口する方法において、開口された部分を減圧しつつ開口することを特徴とする石英ガラスシリンダの製造方法。

【請求項4】請求項3に記載の方法により製造した石英ガラスシリンダを素材とし、延伸法にて所要径とすることを特徴とする石英ガラス管の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明が属する技術分野】本発明は、主として光通信の光ファイバなどに加工される厚肉大口径の石英ガラスシリンダおよび石英ガラス管とその製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】現在、通信用の光ファイバとしては、光伝送のエネルギー損失の低い石英ガラスが広く用いられている。光ファイバの光を伝送する素線の構造は、中心部に屈折率の高い石英ガラスによるコア部があり、周辺部には屈折率の低い石英ガラスのクラッド部を配置した同軸ケーブル状である。

【0003】この石英ガラスによる光ファイバ素線は、コア部とクラッド部からなるプリフォーム材の加熱線引きにより製造される。プリフォーム材は、従来、石英ガラス管内にコア部材を堆積させる内付け法、コア部材の外側にクラッド部材を堆積させる外付け法、あるいは軸方向にガラスを堆積させるVAD法(Vapor-phase Axial Deposition 法)によって製造されてきた。しかしこれらの方法では、生産性およびコストの面から限界に達しており、これに代わる製造方法として、円柱状石英ガラスの開口により管状のクラッド部を作り、別に作成したコア部の石英ガラスをこの管に嵌合して一体化し、プリフォーム材とする方法が提案されている。

【0004】光ファイバ素線はコア部の径によりマルチモードファイバとシングルモードファイバとに分けられる。光学的コア部の径は、たとえば外径が $125\mu m$ のファイバ素線の場合、マルチモードファイバでは $50\sim 90\mu m$ 程度であるが、シングルモードファイバでは $18\sim 36\mu m$ 程度である。シングルモードファイバの方が伝送帯域が広く、より多くの信号を伝送することができる。しかしながら通信の高速大容量化の動向に対応し、光ファイバもシングルモードから、さらにより多くの信号を伝送できる分散シフトファイバへの変換、あるいは分散補償ファイバの導入が必要となってきた。

【0005】シングルモードファイバでは、コア部の径

ないしはクラッド部内径に対するファイバ素線径ないしはクラッド部外径の比が、 $3.5\sim 6.9$ 程度である。これに対して、分散シフトファイバでは外径／コア径の比が $6.3\sim 12.5$ 、分散補償ファイバになると $15.6\sim 31.3$ にもなっており、同じ素線径のファイバではコア部の径が大幅に細くなる。このように、外径／コア径の比が大きくなると、光ファイバの断面積の85%以上をクラッドが占めるようになり、それに伴って種々問題が生じてくる。

【0006】石英ガラス管に心材となるロッドを嵌合してプリフォーム材とし、これを線引き延伸した場合、石英ガラス管の外径／内径の比は、得られたファイバ素線の外径／コア径の比とほとんど変わらない。したがって、所定のクラッド径／コア径の比の光ファイバを得ようとするれば、同じ外径／内径比を有する石英ガラス管を製造しなければならない。

【0007】石英ガラス管は、通常、より大きい径の円柱材にて開口し、これを延伸して製造される。ここで円柱状石英ガラス材をインゴット、インゴットを開口した管用の素材を石英ガラスシリンダといい、光ファイバのコア部材を嵌合する前の、シリンダを熱間で延伸し径を小さくしたクラッド用部材となっているものを石英ガラス管ということにする。石英ガラスシリンダの外径としては $150\sim 300mm$ 程度、石英ガラス管の外径は $20\sim 150mm$ 程度である。

【0008】コア部の径が細くなると、わずかな偏心が、光ファイバのコネクタによる接続の際、コア同士の間の大きなずれとなり、接続部の損失を増大させる。したがって、偏心はできるだけ小さくする必要がある。しかし、ガラス素材へのより小さな孔の開口は、寸法精度を良くすることが困難で、これが光ファイバの偏心を大きくする。また、コアとクラッドの内部境界面の気泡や疵は、コアが細くなればそれだけその影響が大きくなり、線引き時のコア部破断などを生じる危険性が増すので、クラッドの素材となる管の内径面は、疵などを少なくし平滑にしなければならない。

【0009】石英ガラスシリンダは機械加工により開口して作ることもでき、その場合は寸法精度のすぐれたものが得られる。しかし、内径面は研削によるため粗さが粗く、微少な割れや加工歪みが残る、延伸加工して石英ガラス管としても、光ファイバとするときロッドと管との境界面に気泡が発生しやすく、線引き後の光ファイバの品質を悪化させる。

【0010】外径／内径比の大きな石英ガラスシリンダや石英ガラス管製品としては、他に例えば半導体ウェーハの熱処理用装置部品などがある。この場合、開口は機械加工によっておこなわれているが、生産性や歩留まりが極めて悪い。

【0011】石英ガラス材の開口に、熱間にてプラグを圧入する方法がある。例えば、特開平7-109135号公報には、熱間炭素ドリル圧入法により、外径 $50\sim 300mm$ 、外

径/内径比=1.1~7、厚さ10mm以上、厚さ誤差2%以下の光ファイバ用石英ガラス管を製造する方法が開示されている。この発明では、加熱下で炭素ドリルを圧入する加工方法にて開口をおこなえば、得られた石英ガラス管の内径面が粗さ20 μ m以下と平滑化され、内部境界面に気泡の発生がないプリフォーム材が得られるとしている。

【0012】しかしながら、熱間でのプラグ圧入による開口方法は、内径面は平滑となるが、一般に寸法精度がよくなく、内径の偏心も大きい。また、外径/内径比を十分大きくとれないなどの問題がある。

【0013】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、外径/内径の比が大きい、内径面が平滑で偏心がなく、寸法精度のすぐれた石英ガラスシリンダおよび石英ガラス管とその製造方法の提供にある。これらの石英ガラスシリンダや石英ガラス管は、分散シフトファイバまたは分散補償シフトファイバなど石英ガラスの光ファイバの素材、あるいは半導体製造用の装置部品に適用するものである。

【0014】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、石英ガラス系光ファイバのプリフォーム材製造用を主対象とする、外径/内径の比が6を超える石英ガラス管の製造に

$$\text{肉厚変動率} = \{ (\text{最大肉厚} - \text{最小肉厚}) / \text{平均肉厚} \} \times 100 \quad \cdots \quad \text{①}$$

$$\text{内径変動率} = \{ (\text{最大内径} - \text{最小内径}) / \text{平均内径} \} \times 100 \quad \cdots \quad \text{②}$$

上記の石英ガラス管の肉厚変動率および内径変動率は、延伸前のシリンダの肉厚変動率および内径変動率よりやや大きくなる傾向があり、シリンダの寸法精度は、管のそれよりもよいものにする必要がある。

【0018】切削加工による開口では、十分良好な寸法精度のシリンダを得ることができる。ところがこれらのシリンダから作製した管を用いてプリフォーム材を作製し、線引き加工により光ファイバとすると、得られたファイバのコアとクラッドの内部境界面に気泡が生じ、断線が多く認められた。これは開口の際の内径面の粗さや微少なクラックなどによると推定されたが、切削開口された石英ガラスシリンダの内径面を均一かつ平滑に研磨することは、生産性の良くない機械加工法に、さらに多大の工数追加を必要とし、実生産への適用は困難である。

【0019】これに対し、熱間での黒鉛プラグ圧入による開口方法によれば、シリンダ内径面の平滑性は向上する。ところが開けられた孔の内径寸法の変動が大で、偏心ないしは肉厚変動が大きくなりやすい傾向が認められた。この寸法変動や偏心は、黒鉛プラグの径を大きくすれば軽減される。

【0020】しかし、通常のプラグ圧入開口法では、開口後のシリンダの肉厚をインゴットの半径より大きくすることは困難であり、高純度合成石英ガラスの得やすい

関し種々検討をおこなった。

【0015】プリフォーム材を、石英ガラス管へのコア材の嵌合一体化による方法にて製造しようとする場合、管の外径/内径比を大きくするには、内径は相対的に小さくしなければならない。石英ガラス素材に小さい孔を開きしようすると、寸法精度の低下や偏心の増大を招きやすい。そこでクラッド用部材は、できるだけ径の大きい円柱状石英ガラスインゴットを出発材とし、これを開口し延伸して径を小さくする方法で、石英ガラス管とすることにした。

【0016】まず切削加工または熱間プラグ圧入により外径/内径の比の大きなシリンダを作製し、これを加熱延伸して石英ガラス管としてから、コアとなる石英ガラスロッドを嵌合してプリフォーム材とし、加熱線引き加工をおこなうことによりコア径の細い光ファイバを種々試作してみた。この場合の石英ガラス管の寸法形状、コアとなるロッドの嵌合、および得られた光ファイバの寸法形状等を調査した結果、次のようなことが明らかになった。

【0017】偏心の小さい、寸法精度のすぐれた光ファイバを得るための石英ガラス管は、管の任意の断面において下記①式にて示される肉厚変動率が小さく、かつ下記②式で示される内径変動率も低くなければならない。

VAD法によるインゴットは、最大径が200mm程度までである。そして比較的寸法変動や偏心を少なくできるプラグ径は、30mm程度以上必要であった。しかし、これでは外径/内径の比を十分大きくできない。

【0021】そこで、プラグの径が小さくても寸法変動や偏心の少ないシリンダを得るために、まずプラグの形状を検討したが、有効な結果は得られなかった。その際、このプラグの外径と開口された孔の内径とを比較すると十数%以上の差があり、この隙間が大きいためにプラグ位置が安定せず、寸法変動や偏心が生じたのではないかと考えられた。この開口中のプラグと孔の内面との隙間をできるだけ小さくするために、種々条件を検討の結果、開口中の開口部分を排気して減圧しつつ開口することにより、プラグ外径と孔の内径との差が小さくなり、内径の寸法変動や孔の偏心が著しく減少することを見出したのである。

【0022】プラグ圧入開口の場合、通常プラグ先端の圧入される部分が最も温度が高く柔らかい。したがって開口された部分を減圧すると、最も柔らかい部分が大気圧により変形する。このためプラグの側面と開口部内壁との隙間が圧縮され、それによって開口中のプラグと開けられた孔との隙間が減少し、この隙間が減少することにより、プラグの位置が安定し、開口の精度が向上したものである。

【0023】開口された孔の内径面は、この減圧開口法においても従来の黒鉛プラグ圧入法と同等、ないしはそれ以上に平滑であった。

【0024】このように、肉厚変動率や内径変動率で示される寸法変動や偏心を減少させることができたので、さらにプラグの径を小さくすることを試みた。その結果、プラグの径を7mm程度にまで小さくしても、寸法変動および偏心を少なくして開口できることが明らかになった。

【0025】圧入プラグの径を小さくできれば、シリンダの外径/内径比を大きくするのは容易になる。しかし、単なるプラグ圧入の開口による径の増加は大きくなく、200mm程度までのインゴットを素材とする場合、分散補償ファイバ用など、30を超える外径/内径比とするには、この径では不十分である。そこで次に外径を大きくする手段を検討した。

【0026】通常、プラグ圧入により開口する場合、インゴットのプラグ先端が位置する部分の温度が最も高くなるように、ヒータ位置およびプラグ位置が設定される。これに対し、ヒータ位置よりやや後方にダイスを設置し、その部分にてプラグ先端が圧入されるように設定すれば、径の拡大と共に開口が可能であることがわかった。すなわち、インゴットは回転し、ダイス、プラグを固定としてプラグ圧入をおこなうと、回転による遠心力あるいは重力によりインゴットの径が拡大され、ダイス位置にて外径を拘束されつつプラグにより開口されるのである。

【0027】以上のようにして得た知見から、さらにその限界を明確にして本発明を完成した。本発明の要旨は次のとおりである。

(1) 外径/内径の比が6を超え、内径面の粗さがRa0.5 μ m以下、肉厚変動率が0.5%以下、内径変動率が1%以下であることを特徴とする石英ガラスシリンダ。

(2) 外径/内径の比が6を超え、内径面の粗さがRa0.5 μ m以下、肉厚変動率が1%以下、内径変動率が3%以下であることを特徴とする石英ガラス管。

(3) 熱間プラグ圧入法により石英ガラス体を開口する方法において、開口部を減圧しつつ開口することを特徴とする石英ガラスシリンダの製造方法。

(4) 上記(3)の方法により製造した石英ガラスシリンダを素材とし、延伸法にて所要径とすることを特徴とする石英ガラス管の製造方法。

【0028】

【発明の実施の形態】本発明の石英インゴットを開口したままの石英ガラスシリンダは、外径/内径の比が6を超え、内径面の粗さがRa0.5 μ m以下、肉厚変動率が0.5%以下、内径変動率が1%以下であることとする。

【0029】シリンダ外径はとくには限定しないが、開口用のプラグが細すぎると開口部の寸法精度が維持できず、また外径/内径の比を十分大きくし、かつ延伸加工

などその後の取り扱いを考慮すれば、実用的には150～300mm程度が対象になる。

【0030】外径/内径比は、分散シフトファイバや分散補償ファイバを対象とするので、6以上とする。ただし、シングルモードファイバを対象とする場合、外径/内径比は7以下でよく、7以下までであれば従来の方法による管を適用し、7を超えるファイバには、本発明の石英ガラスシリンダまたは管を用いるようにすればよい。なお、石英ガラスシリンダ外径/内径比は、大きくても35まであれば、分散補償ファイバに用いるクラッド用部材として適用できる。

【0031】石英ガラスシリンダの内径面の表面粗さは、Ra0.5 μ m以下とする。これはシリンダを熱間で延伸して径を小さくし石英ガラス管に加工した場合、その内径面の表面粗さがRa0.5 μ m以下となることを実現するためである。また、前出の④式で示される肉厚変動率は0.5%以下、⑤式で示される内径変動率は1%以下とするのは、上記同様にシリンダを延伸し石英ガラス管とした場合、延伸加工後の管が十分低い寸法変動率であるために必要だからである。

【0032】開口したままの状態において、肉厚変動率が上記の値を超える場合、開口した孔の中心軸を基準としてシリンダの外周を研削し、肉厚変動率を上記の0.5%以下にしてもよい。

【0033】シリンダを熱間で延伸して得た石英ガラス管は、外径/内径の比が6を超え、内径面の粗さがRa0.5 μ m以下、肉厚変動率が1%以下、内径変動率が3%以下であることとする。

【0034】石英ガラス管は、光ファイバ製造の加熱線引きに供するプリフォーム材に供する場合、外径が20～150mm程度である。外径/内径の比は、外径が小さくなくても要求されることは同様で、シリンダの場合に述べたことがそのまま管にも当てはまる。内径面の粗さはRa0.5 μ m以下とするのは、0.5 μ mを超える粗さの場合、コアとなる石英ロッドを嵌合してプリフォームとし、線引きをおこなうと、コアとクラッドの境界面に気泡が生じやすくなり、コアが破断するおそれがあるからである。

【0035】管に対して前出の④式で示される肉厚変動率は1%以下とするのは、これを超えると線引き後の光ファイバの偏心が大きくなり、光ファイバ同士を接続するときにコア部のずれを生じ、伝送損失が増加するからである。またコア部の径変動もやはり伝送損失を増すので、プリフォームにおいて⑤式で示される内径変動率は3%以下としなければならない。

【0036】上記のような、プリフォーム用石英ガラス管とするための、石英ガラスシリンダの開口方法として好ましい方法の一つは、次に述べる減圧開口方法である。これは黒鉛プラグを加熱軟化させた石英ガラスインゴットに圧入し、シリンダとする方法において、開口部

分を排気減圧しつつ開口するものである。

【0037】図1に例示する模式図によりこの方法を説明する。このような装置において、石英ガラスインゴットはチャック7に把持されて、回転およびプラグ圧入のための右方向への送出しが可能である。インゴットはヒータ9により軟化点以上に加熱され、ダイス6に向かう。ダイスの後方には開口用圧入プラグ3が、支持具5により配置されている。ダイスの内径は、必要とする石英ガラスシリンダの外径に対応する寸法に設定する。加熱された石英ガラスインゴットは、ダイス内径までその径が拡大され、その後、プラグが圧入開口されてシリンダに成形される。

【0038】このようなプラグ圧入による開口の過程において、開口されたシリンダ部分2の開口孔4の中を、シリンダ端に密閉ホルダ10を設置して密閉できるようにし、排気減圧しつつプラグを圧入する。排気減圧は密閉ホルダ10に排気口を設けて、開口部分全体を減圧してもよいが、プラグの側面に排気できる小さな孔を多数開け、そこからプラグ保持具を通して排気するようにしてもよい。プラグ側面から排気すれば、密閉ホルダによる気密性が多少劣る場合でも、プラグと開口部の径の差を十分に小さくすることができる。

【0039】減圧開口の開始を容易にするには、目的とする内径の孔の開いたダミーシリンダ12を開口しようとするインゴットの先端に融着させ、減圧できる開口部をあらかじめ設けておいてから、インゴットを加熱しプラグを圧入すればよい。

【0040】開口孔部4内の減圧の圧力、あるいはプラグ側面からの排気のための圧力は、1/10気圧以下すなわち10000Pa以下とするのがよい。これより圧力が高くなると、肉厚変動率の低減、内径変動率の低減、および内径面の平滑化などに対し、十分な効果が得られなくなる。

【0041】プラグの径はとくには限定しないが、肉厚変動率を十分小さくするには径の大きい方が望ましい。開口したシリンダの外径/内径比が限定される場合、プラグ径は大きくできなが、少なくとも7.5mm以上あることが望ましい。

【0042】開口時のプラグが圧入される部分の石英ガラスの加熱温度は、石英ガラスのOH基濃度などにより軟化温度が大きく変化するので一概には決められない。しかし、要すれば径が拡大でき、プラグの圧入が可能で、しかも減圧により開口部内径がプラグ直径にできるだけ近づく温度を選定する。石英ガラス自体の温度は圧入中必ずしも明らかではないが、加熱炉の設定温度としては2000～2700℃程度である。

【0043】この程度の高温になるとプラグやダイスなどの工具に適用できる材料は限定され、 Al_2O_3 、 MgO 、 ZrO_2 系の酸化物や、黒鉛、W、Moなどを用いるとよい。ただし、黒鉛、W、Moなどを用いるとき

は、酸化防止のためヘリウムやアルゴンなど不活性雰囲気中で開口をおこなうのが望ましい。

【0044】外径を大きくするには、以下のようにしてプラグ圧入をおこなう。プラグ圧入において、目的とするシリンダの外径に相当する内径の、円筒形ダイスを使用する。図1に模式的に示されるように、加熱されるインゴットの最も温度の高くなる部位がダイス6の先端部分近傍に位置するように、ヒータ9とダイス6の位置を選定し、そして圧入プラグ3は、ダイス内においてその後方に位置させる。このような配置にして、チャック7を介しインゴット1が回転しつつ右方向に送り込まれると、回転による遠心力、重力、さらにはプラグが圧入される際の圧入応力により、インゴットの径が拡大されてダイス6に達し、次いでプラグが圧入されて開口される。このような方法によって、例えば径が7.5mmのプラグを用い、直径200mm程度のインゴットから、外径が300mm程度の内径の小さい厚肉のシリンダを製造することができる。以上のような減圧開口法を用いても、インゴットや圧入装置の設定などから、開口部位置がシリンダ中心からずれた場合、開口した孔の中心軸を基準としてシリンダの外周を研削し、肉厚変動率を所要の値以下に低減させてもよい。シリンダ外周の研削は、たとえ肉厚変動率が大きくなくても、とくにこのシリンダを加熱延伸して石英ガラス管とする場合、管の寸法精度向上に有効である。

【0045】シリンダを延伸して石英ガラス管とする方法は、例えば、図2に模式的に示すような一般に用いられる熱間延伸法にて径を細くする。この場合、シリンダの先端にダミーロッド17を溶着させ、チャック16にて把持し回転させつつヒータ15にて加熱し、要すればシリンダ外径と管外径との中間の内径を持つダイスを中間に設置し、ダミーロッド17端をチャック18で把持して回転させつつ引張り、延伸して所要径の石英ガラス管とする。

【0046】

【実施例】高純度の $SiCl_4$ を酸水素炎中で加水分解反応し、石英の微粒子を堆積成長させた多孔質体を焼結、透明化して、合成石英ガラスインゴットとし、図1に示した装置を用い、インゴットを開口して石英ガラスシリンダを作製した。

【0047】この場合、あらかじめ目的とする内径に開口された石英ガラスシリンダのダミー12を用意し、これをインゴット先端に溶着して開口をおこなった。プラグは図3にその断面示すように側面に直径1mmの吸引口19を多数設け、中空の支持具21を用い、その排気口20を真空ポンプに連結した。そして、ダミーシリンダ12の開口部外側には密閉ホルダ10を取り付け、プラグ吸引口からの排気によって開口部内が減圧されるようにした。これにより、開口中の開口部内の圧力は、約1000Paに維持された。

【0048】ヒータ温度を2400℃とし、表1に示す条件にて試料No. 1～3のシリンダを作製した。試料4は比較のため機械加工により切削開口をおこなった。得られたシリンダの長さは試料1、3および4では1000mm、試料2では500mmであった。

【0049】シリンダは、長さ方向で略等間隔に10箇所を選び、外径および肉厚を測定した。その測定位置では円周方向での等間隔にて4箇所を外径を測定し、その平均値を平均外径とした。外径を測定したのと同じ位置の、円周方向では8箇所にて、超音波肉厚計を用い、肉厚を測定した。この肉厚と外径の測定結果から、内径を求めた。

【0050】同一シリンダ内の肉厚測定結果から、最大肉厚の値と最小肉厚の値を採り、全測定値の平均値を計算し、前出④式により肉厚変動率を出した。また、上記

で求めた内径測定結果から、最大値と最小値および全測定値の平均値を得、前出②式から内径変動率を計算した。シリンダ内径面の粗さ(Ra)は触針粗さ計を用い、シリンダ両端部近傍における内径面で測定した。なお、シリンダ内径面の粗さは、一部シリンダを軸方向に切断し確認した。

【0051】作製したシリンダにおける、これらの測定結果を表2に示す。試料1、2および3の結果の比較から、本発明の開口部を減圧しプラグを圧入する方法を用いれば、肉厚変動率および内径変動率が大幅に低減されることがわかる。機械加工法によりシリンダを成形すれば、極めて寸法精度の良いシリンダが得られるが、開口した孔の内径面の粗さが粗いものとなる。

【0052】

【表1】

表 1

試料 No.	インゴット 外径 (mm)	ダイス 内径 (mm)	プラグ 外径 (mm)	シリンダ 成形速度 (mm/min)	開口時 減圧	備 考
1	160	200	27	7.4	あり	本発明例
2	170	300	10	3.2	あり	本発明例
3	160	200	27	7.4	なし	比較例
4	200	機械加工による開口				比較例

【0053】

【表2】

表 2

試料 No.	平均外径 A (mm)	平均内径 B (mm)	A/B	肉厚 変動率 (%)	内径 変動率 (%)	内径面 粗さ Ra (μ m)	備 考
1	198.0	27.1	7.31	0.33	0.44	< 0.3	本発明例
2	298.7	10.0	29.87	0.30	0.70	< 0.3	本発明例
3	196.5	32.1	6.12	6.19	14.25	< 0.3	比較例
4	200.0	27.0	7.40	< 0.1	< 0.1	10	比較例

【0054】次に、上記のようにして作製した石英ガラスシリンダを用い、延伸加工して外径60mmの石英ガラス管を作製した。図2に模式的に示した延伸装置を用い、いずれの試料においても、加熱ヒータ15の設定温度を2200℃とし、ダイス14は内径120mmのものをを用い、石英ガラス管13の延伸速度は150mm/minとした。得られた石英ガラス管の長さは、いずれも全長10m程度である。

【0055】これらのガラス管について、シリンダにて

おこなったのと同様な方法にて、全長の10箇所を外径、肉厚、内径を測定し、肉厚変動率、内径変動率を求め、内径面粗さを測定した。結果を表3に示す。

【0056】これから明らかなように、肉厚変動率、および内径変動率が小さく、孔の内径面粗さが小さいシリンダから製造した石英ガラス管は、肉厚、内径の両変動率が小さく内径面粗さもすぐれていることがわかる。

【0057】

【表3】

表 3

試料 No.	平均外径 A (mm)	平均内径 B (mm)	A/B	肉厚 変動率 (%)	内径 変動率 (%)	内径面 粗さ Ra (μ m)	備 考
1	60.0	8.2	7.3	0.58	1.1	< 0.3	本発明例
2	60.0	2.0	30.0	0.45	2.0	< 0.3	本発明例
3	60.0	9.8	6.1	1.99	16.1	< 0.3	比較例
4	60.0	8.2	7.3	0.30	0.5	10	比較例

【0058】さらにこれらの石英ガラス管を用い、内径に丁度嵌合できる石英ガラスロッドを装入し、プリフォームとして光ファイバを試作した結果、試料4の場合、線引き中に断線が多発し、所要のファイバを製造することができなかった。また試料3では偏心が大きく、光ファイバとして十分なものが得られなかった。これに対し、試料1および2による光ファイバは、偏心が少なく、接続部の損失の少ないものが得られ、ことに試料2では、コア径の細いすぐれた特性の分散補償ファイバとなることが確認された。

【0059】

【発明の効果】本発明の石英ガラスシリンダおよび石英ガラス管は、外径/内径の比が極めて大きく、肉厚変動率および内径変動率が低く、しかも内径面が平滑である。石英ガラスシリンダからは、延伸加工することにより、これらの寸法精度にすぐれた内径面の平滑性にすぐれた、石英ガラス管を製造することができる。この石英ガラス管は、コアとなる石英ガラスロッドを嵌合し、プリフォームとすることにより、分散シフトファイバや分散補償ファイバなどコア径に対しクラッド部の大きい光ファイバに線引きすることができ、その場合、コア部とクラッド部の境界に気泡などの欠陥が発生することなく、しかも偏心率の低い高品質の光ファイバが得られる。

【0060】このような石英ガラスシリンダおよび石英ガラス管は、開口部を減圧しつつプラグ圧入開口する本発明の方法により、低コストで容易に製造できる。またこの減圧開口方法は、半導体製造装置用の厚肉円筒石英ガラス材にも適用でき、機械加工と同程度の寸法精度のものを、生産性および歩留まり良く製造することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】インゴットを開口して石英ガラスシリンダを製造する方法を模式的に示した図である。

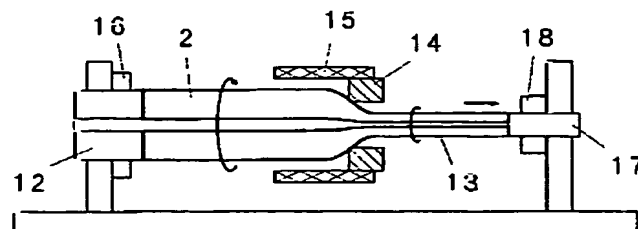
【図2】石英ガラスシリンダを延伸して石英ガラス管を製造する方法を模式的に示した図である。

【図3】減圧下で圧入開口をおこなう際に用いる、プラグ部分の断面構造の例を示す図である。

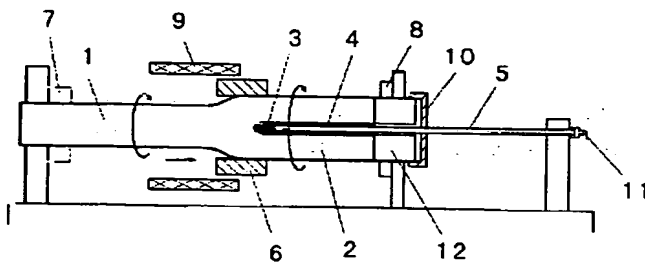
【符号の説明】

1. 石英ガラスインゴット
2. 石英ガラスシリンダ
3. 押し込みプラグ
4. 開口孔
5. プラグ支持具
6. ダイス
7. チャック
8. チャック
9. ヒータ
10. 密閉ホルダ
11. 真空排気ポンプ連結口
12. ダミーシリンダ
13. 石英ガラス管
14. ダイス
15. ヒータ
16. チャック
17. ダミーロッド
18. チャック
19. 吸引口
20. 排気口
21. 中空支持具

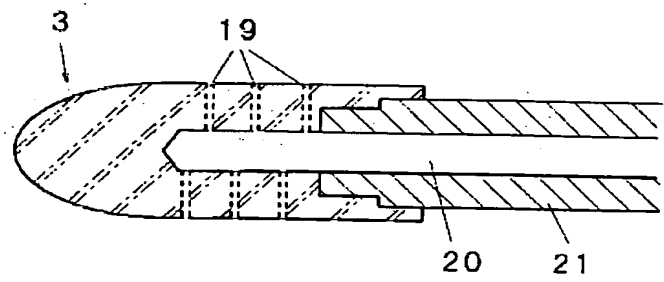
【図2】



【図1】



【図3】



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☒ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☒ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☒ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.